



(2,000円)

特 許

願

(特許法第3・8条ただし書
の規定による特許出願)

昭和46年1月27日

特許庁長官 佐々木 学 殿

1. 発明の名称

ナフテンセリ センイ セイゾウホク
難燃性ポリエステル繊維とその製造法

2. 特許請求の範囲に記載された発明の数

6

3. 発明者

クラシヤシヤスエ
倉敷市安江550
江 島 丸

4. 特許出願人

倉敷市酒津1621番地
(108) 株式会社 クラ レ
代表取締役 仙 石 寛

5. 代理人

大阪市北区梅田8番地 新阪急ビル
株式会社 クラ レ 内
電話大阪 06 (346) 1351 (代表)
(6747) ヤマモト 本 多 隆
(東京連絡先)
株式会社 クラ レ 東京支社 技術部
電話東京 03 (272) 0311 (代表)

46-000991

方式 (特許)

明 細 書

1. 発明の名称

難燃性ポリエステル繊維とその製造法

2. 特許請求の範囲

1. 芳香核上の水素が塩素又は臭素で1個または2個以上置換されており、しかもエステル結合形成性基を2個有する芳香族系の化合物の1種または2種以上を基本となるポリエステルに対し、導入される該ハロゲン量が5~40モル%となる量と、エステル結合形成性基を3個以上有する化合物の1種又は2種以上を0.01~3モル%量と、増粘剤を0.5~10重量%とを含有した芳香族系ポリエステルよりなる染色性と白度とすぐれた難燃性ポリエステル繊維。

2. 特許請求の範囲第1項において、さらにエステル結合形成性基を2個有する第3成分を30モル%以下を共重合した芳香族系ポリエステルよりなる難燃性ポリエステル繊維。

3. 塩素デニールが10~100である特許請求

② 特願昭46-991

⑪ 特開昭47-14410

④ 公開昭47.(1972) 8.9 (全8頁)

審査請求 無

⑩ 日本国特許庁

⑬ 公開特許公報

庁内整理番号

6147 47

⑤ 日本分類

42 D12

の範囲第1項のポリエステル繊維。

4. 基本となる芳香族系ポリエステルの合成完了前に、芳香核上の水素が塩素または臭素で1個または2個以上置換されており、しかもエステル結合形成性基を2個有する芳香族系の化合物の1種または2種以上を基本となるポリエステルに対し、導入される該ハロゲン量が5~40モル%となる量と、また、重合反応開始以前に基本ポリマーに対してエステル形成性基を3個以上有する化合物の1種又は2種以上を0.01~1モル%添加し、230~265℃の温度で重合反応を行ない、また紡糸以前の任意のときで0.5~10重量%の増粘剤を添加したものを紡糸し、ついで延伸することを特徴とする染色性と白度とすぐれた難燃性ポリエステル繊維の製造法。

5. 特許請求の範囲第4項において、重合反応前にさらにエステル結合形成性基を2個有する第3成分を30モル%以下添加する方法。

6. 特許請求の範囲第4項において、吐出線速

度を5m/分以下として紡糸する方法、

3. 発明の詳細な説明

本発明は染色性と白度にすぐれた難燃性ポリエステル繊維の製法に関する、

ポリエチレンテレフタレートに代表される芳香族系ポリエステルは力学的性質がすぐれているため各方面で広範囲にかつ多量に使用されているが、難燃性繊維とくにかつら用繊維としては従来ほとんど使用されなかつた。その理由として、まずポリエステルの構成元素が炭素、水素、酸素であるため本質的に可燃性であることがさけられず一度着火すれば激しく延焼するという欠点を有していること、次に、染色性が一般に不十分で常圧ではほとんど染色ができず高圧染色を必要としそのためかつら用繊維に必要な熱セットのための温度を従来、合成かつら用繊維として多く用いられてきたモダクリル系繊維に比して大巾に高くしなければならず、従来の装置、条件などがそのままでは使用できないこと、第3に天然の毛髪に比して、熔融紡糸して得られるポリエステルでは合成繊維

(3)

維は染色後髪型にするために熱セットを行なう必要がある。従つてなるべく低温で熱セットを行なえることが操業性、市場性上きわめて重要なこととなる。本発明者らはこれらの点を解決して良好なる白度と従来よりも低温にて充分なる染色性を有する繊維をうる方法を鋭意研究した結果本発明に到達したものであり以下本発明について詳細にのべる、

本発明は基本となる芳香族系ポリエステルの合成完結前に芳香核上の水素が塩素または臭素で1個または2個以上置換されていて、しかもエステル結合形成性基を2個有する芳香族系の化合物(1)の1種または2種以上と添加加熱してポリエステルの合成を完結するに際して重合反応の開始以前に三官能以上の官能基を有する化合物と必要ならばさらに第3成分とを添加して反応を完結せしめたのち230~265℃の温度で重合反応を行なわしめ特定条件で紡糸延伸してえられる染色性と白度にすぐれた難燃性ポリエステル繊維とその製法に関するものである、

(5)

特開昭47-14416(2)

独特の光沢があつて、たとへば合成かつらにした場合不自然な感じを強く受けることなどによるものと考えられる、

従来芳香族ポリエステル繊維に難燃性を付与するためリン、ハロゲンなどの元素を有する化合物を使用すればよいことは知られているが現在採用されているのは織布や編布に表面加工するいわゆる後加工方式のみであつて風合が劣つていたり、洗たくなどでより効果が低下するなど耐久性の低いものしか得られていない、そこでポリエステルの合成完結前にポリエステルにハロゲンあるいはリンの化合物を添加することにより後加工方式による欠点をなくするための研究も行なわれているがまだ満足すべきものは得られていない、その最大の欠点の一つは難燃性が付与できても着色分解などが激しくて白度が悪くなり衣料用、家庭用繊維などとしてよりてい使用に耐ええないう点にある、

またポリエステル繊維は一般に高圧染色を必要とすることが知られている、しかるにかつら用維

(4)

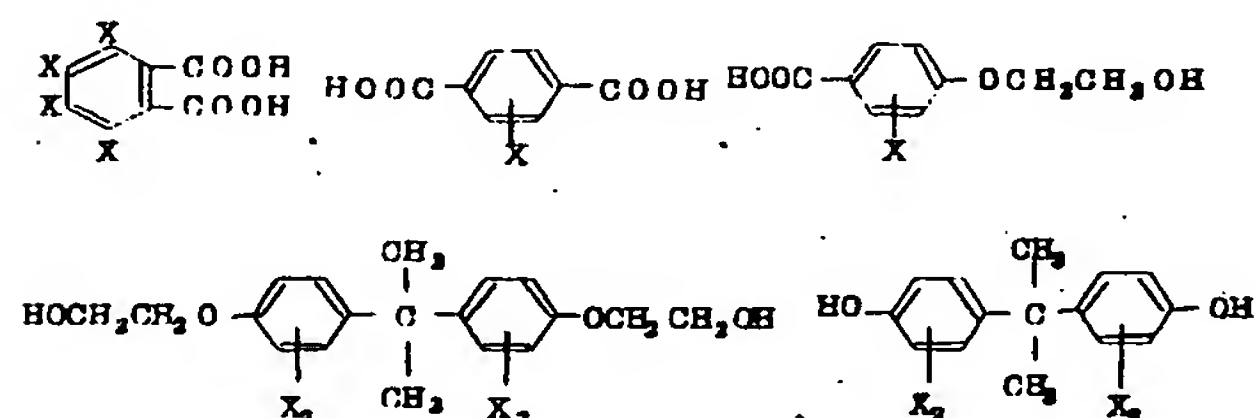
本発明において基本となるポリエステルとは、テレフタル酸、イソフタル酸、ナフタリン2,6ジカルボン酸、1,2ビス(パーカルボキシフェノキシ)エタン、2,2-ビス(パーカルボキシフェニル)プロパン、ジフェニルカルボン酸、ナフタリン2,6ジカルボン酸などの芳香族ジカルボン酸、アジピン酸、セバチン酸、などの脂肪族ジカルボン酸、またはそれらのエステル類と、エチレングリコール、ジエチレングリコール、ネオペンチルグリコール、シクロヘキサン1,4ジメタノールなどのジオール化合物とから合成されるポリエステルであり、特に芳香核を有するポリエチレンテレフタレートである、

また、基本となるポリエステルに共重合しうる第3成分とはポリアルキレングリコール、メトキシポリアルキレングリコール、ビスフェノールA、パラ(β-ヒドロキシエトキシ)安息香酸、3-メトキシ-4(β-ヒドロキシエトキシ)安息香酸スルホイソフタル酸などの他に前記カルボン酸類、グリコール類などである、またその他にオキ

(6)

シカルボン酸の自己縮合により合成されるポリエステルおよびその反復単位の70%以上がオキシカルボン酸ポリマーであるようなポリエステルも使用できる。また本発明のポリエステルではその紡糸時にナイロン、66ナイロンなどのポリアミド、ポリエーテルエステル、ポリエーテルアミドなどを混入もしくは複合したものでもよい。

本発明をさらに詳細に説明すれば、本発明における化合物(1)は基本となるポリエステルと反応することにより主鎖中にハロゲンを含ませることを目的として添加される。化合物(1)としては、下記化合物が好適に使用される化合物の具体例として挙げられる。

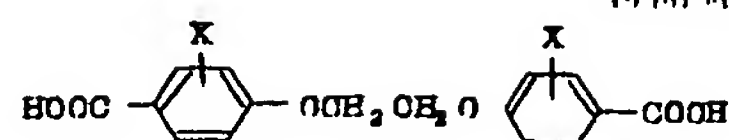


(7)

工さらに使用中に該化合物が成形物から脱落し、添加物の効果を有効かつ持続的に発揮させることができないうことと共に、実際に燃焼試験を行なった結果では、共重合したものでなければ難燃性を十分に付与できないことが研究の結果認められたのである。

本発明において、化合物(1)の添加量は基本となるポリエステルに対し、導入されるハロゲン量が5~40モル%好ましくは10~30モル%となるように選定される。化合物(1)のみの添加で基本となるポリエステルの難燃性を付与しようとするれば導入されるハロゲン量を多量に必要とするが、その場合えられたポリエステルは着色することがあるため、従来はあまり多量のハロゲンを導入することができなかった。そこで、多量のハロゲンを添加しても着色しないポリマーを得るために鋭意検討した結果重合温度を従来のポリエチレンテレフタレートの重合に用いられる270°~300°Cよりも非常に低い230~265°Cの間好ましくは235~255°Cに保持すれば非常に多量のハロゲン

(9)



およびこれらの上記カルボン酸の低級アルキルエステル、ハロゲン化フタル酸などの場合は無水物をも含む。(ただしXはハロゲン。)これらのうちでハロゲン化無水物を使用することが好ましい。

本発明において化合物(1)がハロゲン置換された芳香族系の共重合しうる化合物であることは次の知見に基づく、すなわちまず第一に脂肪族炭素に結合するハロゲンはポリエステルの合成反応条件下においては不安定でポリエステルの着色するばかりか、重合反応速度も低下させるなど不適当であるに対し、芳香族炭素に結合するハロゲンでは脂肪族炭素のハロゲン化物に比して着色が少ない、重合反応を抑制することがないということ。第二には添加する化合物の大部分が、ポリエステル中に共重合して存在するのでなければ充分なる難燃性を付与することができないということである、すなわち、得られたポリエステルの成形後加

(8)

化合物を添加してもほとんど着色を起こすことなくきわめて良好な白度のポリマーが得られることを見出し、そのような条件で反応できるポリマーを検討して本発明に至つたものである、すなわちこのような温度で重合を行なうには、多量のハロゲン化合物を共重合するもしくは、重合温度に適した融点にするために、第3成分を共重合することが必要である。第3成分としては、種々の2官能性化合物が使用できるが、アジピン酸は他の第3成分にくらべて同一モル数でより大きな染着量を示すなど特に有効であることがわかった。しかしながら、このような低温での重合を行なう結果、重合速度は通常のポリエステルの重合に比してかなり低下することは避けられなかつた。そこでポリマーを着色させるとなく、重合速度を大ならしめるために種々検討を加えた結果、エステル結合形成性基を3個以上有する化合物の1種または2種以上を基本とするポリエステルの重合反応工程以前に、好ましくはエステル交換もしくはエステル化反応時に、ポリエステルに対して0.01~

-89-

(10)

特開昭47-14416(4)

3モル%添加することにより、その問題を解決するに至つたものである。このような多官能化合物の例としては、たとえばグリセリン、ペンタエリスリトール、ペンタエリスリトールのエチレンオキシド付加物などがある。これらを併用することにより所期目的に適した物性を有する繊維をうることができる。

本発明は個々の成分については公知もしくは公知に近いものを用いながら、それらをきわめて厳密に組合わせることにより、従来得られなかつた、また予想されなかつたきわめて良好な白度をもつ難燃性ポリエステルを得るに至つたものである。

本発明の繊維のもう一つの大きな特徴はその易染性にある。本発明の繊維は特に合成かつら用繊維として好ましく使用できる。合成かつら用繊維は、繊維束をたとえば金属製の筒に巻きつけて110〜130℃程度の温度で熱セットを行なう必要があるが従来のポリエステル繊維では、染色を120℃前後の水の沸点以上の温度で行なっているため110〜130℃程度では充分な熱セットができ

(11)

能、耐久性などが不足して実用性が少なくなるので好ましくない。合成されるポリエステルはその融点が200〜240℃の範囲になるように第3成分の量をコントロールすべきである。より好ましい融点は210〜230℃であつて、後述理由と得られる物性において最も適当である。

ポリエステルの合成は次の様に行なわれる。まず原料の酸成分と2個のアルコール成分および必要ならば第3成分とをエステル交換もしくはエステル化してモノマーを合成する。モノマー合成の際0.01〜3モル%のエステル形成性基を3個以上有する化合物を添加する。添加はモノマー合成の初期が望ましい。こうして得られたモノマーに前記化合物(1)の所定量を添加したのち、過剰の2個アルコールを減圧下に除去し、ついで230〜265℃の温度好ましくは240〜255℃の温度にて重合を行わせる。重合後のポリマーは(7) 0.4以上好ましくは0.5以上が紡糸性、繊維性能上必要である。前記化合物(1)はエステル交換前に添加してもかまわない。

(13)

ず、さらに高温にする必要がある。このことは従来合成かつら用繊維として多く使用されてきたモダクリル系繊維に適用されている熱処理条件や装置が使用できず、より困難な条件、装置を採用しなければならずその結果、市場性が非常に制限されてしまう結果とならざるを得ないのである。

これらの困難に対して本発明者らは芳香族ポリエステルに難燃剤および第3成分の所定量を共重合させ、水の沸点以下の温度、すなわち常圧下で延伸、染色を行なわせることにより従来のモダクリル繊維の熱セットとほぼ同等の条件で十分なる熱セットを与えることができるに至つたのである。

共重合成分としては、前述のような種々の化合物を用いることができるが、その共重合比は基本ポリマーの酸成分に対して30モル%以下、好ましくは10〜20モル%用いられる。共重合成分が少量の場合は重合温度を高くする必要があり、これは着色の原因となるしまた水の沸点以下の染色条件で良好な染色ができない、又逆に多量の場合は繊維自身の物性が低下して充分なる力学的性

(12)

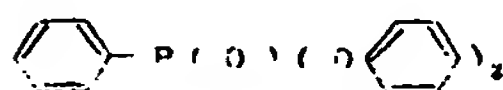
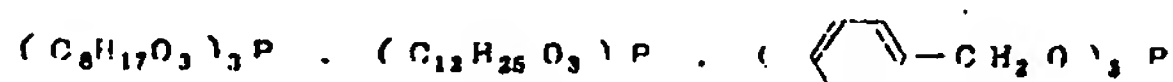
本発明のポリマーは、その他にさらに少量の増粘剤が添加されていることが必要である。すなわち本発明のポリマーは増粘剤なしでは、熔融粘度が比較的小さいために本発明の用途に適した繊維に紡糸することが困難なためである。増粘剤としては、アルミニウムの化合物、ホウ素の化合物など従来ポリエステルの増粘剤として使用されてきたものも使用できるが、本発明では、従来増粘剤とは知られなかつたカオリナイトを使用するのが最も好ましい結果がえられることがわかつたのである。カオリナイトに増粘効果があることは、従来知られていなかつたことである。カオリナイトは、増粘効果の他につや消し効果を有しているためきわめて良好なる光沢を繊維に与えることができる。増粘剤の量は0.5〜10%程度よくはカオリナイトの場合はポリマーに対して1〜5重量%程度好ましくは2〜4重量%混合分散していることが必要である。添加量はポリマーの熔融粘度、光沢などから任意に決定することができる。添加時期は紡糸前の任意のときでよいが、重合前に例

(14)

例えばグリコール成分のスクリーとして添加するのが好ましい。

本発明のポリエステルは、前記化合物(1)の他に少量のリン化合物を併用することも可能である。添加量はPの含有量で1モル%以下で充分である。

リン化合物を例示すれば下記の化合物が好適に使用されるものとして挙げられる。



また三酸化アンチモンを併用することも可能である。その量は1～6重量%、添加時期は任意である。アンチモンは重合触媒となるが併用のときは重合時間をさらに短縮できると、燃焼効果をさらに向上できる。

本発明のポリエステルは光沢改良剤の他に、従来使用されてきた増滑剤、帯電防止剤、吸染用

(15)

水浴で3～6倍延伸される。延伸温度は低温では繊維性能が不十分なものしかできないし、また高温にしすぎるとスーパーローを起こし所定の繊維物性が得られない。好ましい延伸温度は55～70℃である。フィラメントの場合は130℃以下の温度でピン、プレート等を用いて延伸もできる。このようにして延伸された繊維はひきつづいて延伸温度以上の温度で数%熱収縮することにより適当な熱収縮特性を有する繊維とする。繊維デニールとしては10～100とくに30～70デニールが目的用途に適しており、本発明のポリマーを上記デニールにするための前述の特定の紡糸条件が必要なのである。繊維の染色は100℃以下の温度でも充分可能であるが、120℃程度までの加圧染色が行なうこともできる。染色は、自由収縮を許す条件下よりも制限収縮下で行なう方が望ましい。

染色操作が常圧下で行なえるということは、操業上きわめて有利である。染色法としてはカセ、ケーキ状などができるがローラー間でトウ状で連

(17)

特開昭47-144165)

ビグメント、酸化防止剤、熱安定剤などを本発明の効果とそなわぬ範囲にて併用することができる。

合成されたポリエステルから繊維をつくるための条件は次のとおりである。紡糸ノズルとしては、1孔当りの吐出線速度が5m/分以下になるような孔径のノズルを使用することが必要である。吐出線速度は次式で示される。

$$R(\text{m/分}) = \frac{Q}{P \cdot A \cdot B}$$

ただし、Qは1分間当りの吐出量(g)、Pは粘度(g/dl)、Aは1孔の孔面積(㎠)、Bは孔数である。実際に好ましく使用されるノズルは、孔径が0.8～4mm程度の大孔径のノズルである。吐出速度は目的デニールにより種々変更できるが、吐出に際して、ノズル下で糸を空気又は液体にて冷却することが望ましい。またノズル温度も230～265℃にすることが望ましい。こうして得られた紡糸原糸は延伸糸の目的に応じて延伸条件が異なるが、たとえば合成かつら用の場合には、まず50～90℃の

(16)

統的に処理することもできる。

染料としては分散ナフトール、塩基性染料等がポリエステルの染色に使用されるものであるをならんでも使用できるが、分散染料が一般的に使用しやすい。

こうして染色された繊維は必要に応じて、染色温度よりも高い温度すなわち80～160℃、好ましくは110～130℃の温度で熱処理される。この熱処理はたとえば合成かつら用繊維の場合には適当なカーネルを与えるためのものであつて、金属製の管に巻つけて行なわれる。こうして得られた繊維は可燃性、すぐれた形態安定性、深い色調を有すると共に、人毛に類似したすぐれた光沢を有するので、合成かつら用繊維として有用である。その他、本発明の繊維はカーペット、カーテンレースなど可燃性が要求されるインテリア用途にも適している。

以下実施例により本発明をさらに説明する。なお本文および実施例中の(η)はポリマーをテトラクロルエタジとフェノールの等量混液中に1g/dl

(18)

特開昭47-14416(6)

になるように溶解し、30℃で測定した値である。

実施例、比較例における可燃性能の評価は太デニールの原糸を約45°下方に傾けてマッチにて着火し、そのときの燃焼性を定性的ではあるが比較したものである。

実施例1～3、比較例1～2

テレフタル酸ジメチル500g、エチレンジグリコール480g、アジピン酸ジメチル60g、ペンタエリスリトール0.4g、酢酸亜鉛0.2gを反応器に仕込み常法によりエステル交換を行なつたのち、第1表に示したような化合物(I)を所定量仕込みさらに0.25gの三酸化アンチモン、1.5gのカオライト(白石工業製カオリナイト)を添加したのち、250℃で6時間重合を行ないついで直ちに反応器下部にとりつけた1mmφ×5mmのノズルから毎分1.5gで吐出し、109mmで撈取る。この原糸を60℃の水浴で3.7倍延伸し、90℃で5%収縮を入れたあと融点、可燃性などを測定し第1表に示した。得られた繊維は98℃にて分散染料であるアメリカンブラックGMCを用いて染色し、つ

(19)

比較例3

実施例1の条件でペンタエリスリトールを入れないで重合を行なつたところ、[η]0.35しか上らなかつた。そこで、さらに[η]を上げるために重合温度を270℃にしたところ、ポリマーは黄褐色に着色した。

比較例4

実施例1と同じ条件でポリマーを合成し、そのさいカオライトを使用せずに紡糸したところ、撈取速度109mm/分では紡糸できず、300mm/分でないと撈取れなかつた。又繊維は光沢が大きく、実用的な例えはかつら用繊維として用いるには不適当であつた。

比較例5

実施例1と同じ条件でポリマーを合成し、紡糸するさいのノズル孔径の効果をしらべた。ノズル孔径が0.4mm、0.6mm×5mmのノズルでは実施例1と同じ紡糸速度では撈取れず、それぞれ約400mm、300mmの撈取速度を要した。そのため延伸後の繊維としては合成かつら用としては細すぎて使用で

(21)

いでこれを2.5mmの直径のアルミニウム管にまきつけて115℃で30分間熱風乾燥機中で熱処理してカーンを付与した。こうして得られた繊維は[η]0.57であつて合成かつら用としてきわめてすぐれた風合、光沢、可燃性、充分なるセツト性を有していた。臭濁を有していてもエステル形成性基を有さない化合物を添加したものでは十分な可燃性がえられなかつた。

第 1 表

	化合物 (I)	ハロゲン (%)	融点 (°C)	着色	可燃性
実施例1	テトラブロムフタル酸無水物	12.5	230	白	もえやすい
2	"	15	225	白	もえやすい
3	テトラクロムフタル酸無水物	25	205	白	もえやすい
比較例1	テトラブロムブタン	12.5	235	黄	炎をあげてよくもえる
2	テトラブロムビスフェノールA	12.5	231	黄	炎をあげてよくもえる

(20)

まなかつた。

特許出願人 株式会社 ク ロ レ
代 理 人 弁 理 士 本 多 堅

6. 添付書類の目録

- | | |
|-----------|-----|
| (1) 副 本 | 1 通 |
| (2) 明 細 書 | 1 通 |
| (3) 委 任 状 | 1 通 |

特開 昭47-14416 (7)
手 続 補 正 書 (自発)

昭和46年 10月 19日

特許庁長官 佐々木 学 殿

1. 事件の表示

特願 昭 46-991 号

2. 発明の名称

難燃性ポリエステル繊維とその製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

倉敷市酒津1621番地

(108) 株式会社 クラレ
代表取締役 仙 石

4. 代 理 人

大阪市北区梅田8番地 新阪ビル

株式会社 クラレ 内

電話大阪 06 (346) 1351 (代表)

(6747) 代理人 本 多 隆 一

5. 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄



4 補正の内容

- (1) 明細書第7頁第2行の「三酸化アンチモン」を「三酸化アンチモン」と訂正する。
- (2) 同第7頁第7行の「水浴で3.7倍」を「水浴で3.7倍」と訂正する。
- (3) 同第20頁第1表の実施例2.3の難燃性の欄の「もえやすい」を「もえにくい」と訂正する。
- (4) 同第20頁下より4行の「0.4mm, 0.6mm x 5H」を「0.4mm, 0.6mm x 5H」と訂正する。

手 続 補 正 書 (自発)

昭和47年 4月 10日

特許庁長官 井 土 武 久 殿

1. 事件の表示

特 願 昭 46-991 号

2. 発明の名称

難燃性ポリエステル繊維とその製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

倉敷市酒津1621番地

(108) 株式会社 クラレ
代表取締役 仙 石 夏

4. 代 理 人

大阪市北区梅田8番地 新阪ビル

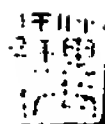
株式会社 クラレ 内

電話大阪 06 (346) 1351 (代表)

(6747) 代理人 本 多 隆 一

5. 補正の対象

願書、明細書の発明の名称の欄、特許請求の範囲の欄および発明の詳細な説明の欄



6. 補正の内容

- (1) 願書の発明の名称を「^{ナノセル}難燃性ポリエステル^{繊維}」に訂正する。
- (2) 願書の特許請求の範囲に記載された発明の数「6」を「3」に訂正する。
- (3) 明細書第1頁第3行（発明の名称）を「難燃性ポリエステル繊維」に訂正する。
- (4) 明細書第1頁第5行～第3頁第1行（特許請求の範囲）の第4～6項を削除し、別紙のとおり訂正する。
- (5) 明細書第3頁第4行における「の製法」を削除する。
- (6) 明細書第5頁第9～20行の記載を次のように訂正する。
「本発明は、芳香核上の水素が塩素又は臭素で1個または2個以上置換されており、しかもエステル結合形成性基を2個有する芳香族系の化合物の1種または2種以上を基本となるポリエステルに対し導入される該ハロゲン量が5～40モル%となる量と、エステル結合形成性基

(2)

- 1 芳香核上の水素が塩素又は臭素で1個または2個以上置換されており、しかもエステル結合形成性基を2個有する芳香族系の化合物の1種または2種以上を基本となるポリエステルに対し導入される該ハロゲン量が5～40モル%となる量と、エステル結合形成性基を3個以上有する化合物の1種又は2種以上を0.01～3モル%量と、増粘剤を0.5～10重量%とを含有した芳香族系ポリエステルよりなる染色性と白度にすぐれた難燃性ポリエステル繊維。
- 2 特許請求の範囲第1項において、さらにエステル結合形成性基を2個有する第3成分を30モル%以下共重合した芳香族系ポリエステルよりなる難燃性ポリエステル繊維。
- 3 単系デニールが10～100である特許請求の範囲第1項のポリエステル繊維。

特開昭47-14416'8

- を3個以上有する化合物の1種又は2種以上を0.01～3モル%量と、増粘剤を0.5～10重量%とを含有した芳香族系ポリエステルよりなる染色性と白度にすぐれた難燃性ポリエステル繊維に関するものである。」
- (7) 明細書第13頁第7～20行における記載を削除する。
- (8) 明細書第14頁第19行の「添加…」から第15頁第2行までの記載を削除する。
- (9) 明細書第16頁第4行から第17頁第7行の「…このようにして」までの記載を削除する。
- (10) 明細書第17頁第11～13行の記載を次のように訂正する。
「…ルが目的用途に適している。繊維の染色は100℃以下の」
- (11) 明細書第21頁第14行～第22頁第1行における記載（比較例5）を削除する。

(3)